

# POLYMER DISPERSION IN SILICONE MEDIUM AND COMPOSITION CONTAINING THE SAME

Publication number: JP2004190035

Publication date: 2004-07-08

Inventor: LION BERTRAND

Applicant: OREAL

Classification:

- International: **A61K8/19; A61K8/00; A61K8/30; A61K8/31; A61K8/67; A61K8/72; A61K8/81; A61K8/89; A61K8/891; A61Q1/00; A61Q1/04; A61Q1/10; A61Q3/02; A61Q19/00; C08F2/38; C08F283/06; C08F290/06; C08L51/00; C08L51/08; C08L83/07; A61K8/19; A61K8/00; A61K8/30; A61K8/72; A61Q1/00; A61Q1/02; A61Q3/02; A61Q19/00; C08F2/38; C08F283/00; C08F290/00; C08L51/00; C08L83/00; (IPC1-7): C08F290/06; A61K7/00; A61K7/025; A61K7/032; A61K7/043; A61K7/48**

- European: **C08F283/06; C08F290/06; C08F290/06F; C08L51/00B; C08L51/08**

Application number: JP20030415754 20031212

Priority number(s): FR20020015739 20021212

Also published as:



EP1428843 (A1)

FR2848560 (A1)

EP1428843 (B1)

[Report a data error here](#)

## Abstract of JP2004190035

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a polymer particle dispersion forming stable particles in a silicone medium without adding a stabilized polymer, and to provide a composition using the dispersion.

**SOLUTION:** The polymer particle dispersion is provided by dispersing particles comprising at least one acrylic polymer in a non-aqueous silicone medium, wherein the acrylic polymer comprises a skeleton insoluble in the medium and has a part having a side chain bonded to the skeleton by a covalent bond and soluble in the medium. The polymer is obtained by free radical polymerization in the medium and in the presence of an addition monomer such as acrylic acid or methacrylic acid and of the first monomer for forming the insoluble skeleton and selected from 1-3C alkyl (meth)acrylates with at least one silicone macromonomer having terminal group forming the side chain by reacting in polymerization, which macromonomer has  $\geq 200$  weight-average molecular weight and forms 0.05-20wt.% polymer.

**COPYRIGHT:** (C)2004,JPO&NCIPI

---

Data supplied from the [esp@cenet](mailto:esp@cenet) database - Worldwide

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-190035

(P2004-190035A)

(43) 公開日 平成16年7月8日(2004.7.8)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

F I

テーマコード(参考)

C08F 290/06

C08F 290/06

4C083

A61K 7/00

A61K 7/00

B

4J027

A61K 7/025

A61K 7/00

C

A61K 7/032

A61K 7/00

H

A61K 7/043

A61K 7/00

J

審査請求 有 請求項の数 18 O L (全 19 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-415754 (P2003-415754)

(22) 出願日 平成15年12月12日(2003.12.12)

(31) 優先権主張番号 0215739

(32) 優先日 平成14年12月12日(2002.12.12)

(33) 優先権主張国 フランス (FR)

(71) 出願人 391023932

ロレアル

LOREAL

フランス国パリ, リュ ロワイヤル 14

(74) 代理人 100109726

弁理士 園田 吉隆

(74) 代理人 100101199

弁理士 小林 義教

(72) 発明者 ベルトラン リヨン

フランス国 95270 リュザルシェ,

リュ ムッシュール ブランス 3

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコーン媒体へのポリマーディスパーションとそれを含有する組成物

(57) 【要約】

【課題】安定化ポリマーを添加しないでシリコーン媒体中で安定粒子を形成可能な新規ポリマーを用いたディスパーション及びこれを含有する組成物を提供する。

【解決手段】非水性シリコーン媒体に、該媒体に不溶性である骨格と、該骨格に共有結合した側鎖からなる上記媒体に可溶性である部分とを含む少なくとも一のアクリルポリマーからなる粒子が分散したディスパーションを形成する。上記ポリマーは、アクリル酸、メタクリル酸等の付加的モノマーの存在下で、上記不溶性骨格を形成するための、(メタ)アクリル酸C1-C3アルキルから選択される第一モノマーと、重合中に反応して上記側鎖を形成可能な末端基を含む少なくとも一のシリコーンマクロモノマーであって、200以上の重量平均分子量を持ちポリマーの0.05重量%から20重量%を占めるマクロモノマーとからなる重合性混合物の上記媒体中でのフリーラジカル重合によって得る。

【選択図】なし

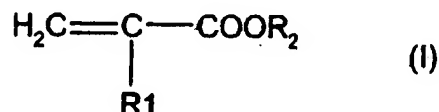
## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

非水性シリコーン媒体に、該媒体に不溶性である骨格と、該骨格に共有結合した側鎖からなる上記媒体に可溶性である部分とを含む少なくとも一のアクリルポリマーからなる粒子が分散したディスパーションであって、上記ポリマーが、

一 場合によってはアクリル酸、メタクリル酸及び次の式(I)：

【化1】



10

(上式中、

一  $\text{R}_1$  は水素原子又はメチル基を示し；

一  $\text{R}_2$  は、

一 1から6の炭素原子を含む直鎖状又は分枝状アルキル基であって、その鎖中に一又は複数の酸素原子を含み、及び／又は $-\text{OH}$ 、ハロゲン原子(F、Cl、Br又はI)及び $-\text{NR}'\text{R}''$ (ここで、 $\text{R}'$ と $\text{R}''$ は同一でも異なってもよく、直鎖状又は分枝状 $\text{C}1-\text{C}8$ アルキル基から選択される)から選択される一又は複数の置換基を含む基；

一 3から6の炭素原子を含む環状アルキル基であって、その鎖中に一又は複数の酸素原子を含むことができ、及び／又は $\text{OH}$ 及びハロゲン原子(F、Cl、Br又はI)から選択される一又は複数の置換基を含むことができる基；

20

を表す)

の(メタ)アクリル酸アルキル、及びその塩から選択される一又は複数の付加的モノマーの存在下で、上記不溶性骨格を形成するための、(メタ)アクリル酸 $\text{C}1-\text{C}8$ アルキルから単独に又は混合物として選択される第一モノマーと；

一 重合中に反応して上記側鎖を形成可能な末端基を含む少なくとも一のシリコーンマクロモノマーであって、200以上の重量平均分子量を持ちポリマーの0.05重量%から20重量%を占めるマクロモノマーと；

からなる重合性混合物の上記媒体中でのフリーラジカル重合によって得ることが可能である、ディスパーション。

30

## 【請求項2】

非水性シリコーン媒体は、少なくとも50重量%が $17(\text{MPa})^{1/2}$ 以下のハンセン溶解性空間による包括溶解性パラメータを持つ少なくとも一の非水性シリコーン液体化合物からなる請求項1に記載のディスパーション。

## 【請求項3】

非水性シリコーン化合物が、分枝状でもよい揮発性及び／又は非揮発性シリコーン油、及び2から7のケイ素原子を含む直鎖状又は分枝状シリコーン類で、1から10の炭素原子を含むアルキル又はアルコキシ基を含んでもよいシリコーン類；非揮発性ポリジメチルシロキサン類(PDMS)等の非揮発性ポリジアルキルシロキサン類；2から24の炭素原子を含む基であってシリコーン鎖の末端にあってもペンダント基でもよいアルキル、アルコキシ又はフェニル基を含むポリジメチルシロキサン類；フェニルトリメチコーン類、フェニルジメチコーン類、フェニルトリメチルシロキシジフェニルシロキサン類、ジフェニルジメチコーン類、ジフェニルメチルジフェニルトリシロキサン類及びポリメチルフェニルシロキサン類等のフェニルシリコーン類；脂肪酸(特に $\text{C}_8-\text{C}_{20}$ )、脂肪アルコール(特に $\text{C}_8-\text{C}_{20}$ )又はポリオキシアルキレン(特にポリオキシエチレン及び／又はポリオキシプロピレン)で変性したポリシロキサン類；アミノポリシロキサン類；ヒドロキシル基を含むポリシロキサン類；水素の全部か一部がフッ素原子で置き換えられた1から12の炭素原子を含む、シリコーン鎖の末端にあるかペンダント基であるフルオロ基を含むフルオロポリシロキサン類；並びにその混合物から選択される請求項2に記載のディスパーション。

40

50

## 【請求項4】

第一モノマー又は第一モノマーの混合物が、「第一モノマー+付加的モノマー」混合物の50-100重量%、特に55から95重量%あるいは更には60から80重量%を占める請求項1ないし3の何れか1項に記載のディスパーション。

## 【請求項5】

上記第一モノマーが、アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、アクリル酸エチル、メタクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、メタクリル酸n-プロピル、アクリル酸イソプロピル及びメタクリル酸イソプロピルから、単独で又は混合物として選択される請求項1ないし4の何れか1項に記載のディスパーション。

## 【請求項6】

付加的なモノマーが、(メタ)アクリル酸メトキシエチル又はエトキシエチル；メタクリル酸トリフルオロエチル；メタクリル酸ジメチルアミノエチル、メタクリル酸ジエチルアミノエチル、メタクリル酸2-ヒドロキシプロピル、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシプロピル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル；及びその塩から、単独で又は混合物として選択される請求項1ないし5の何れか1項に記載のディスパーション。

## 【請求項7】

反応後にポリマーの上記側鎖を構成するマクロモノマーが、ビニル基及び(メタ)アクリロイルオキシ基(アクリレート又はメタクリレート)から選択される重合性末端基を鎖末端に含む請求項1ないし6の何れか1項に記載のディスパーション。

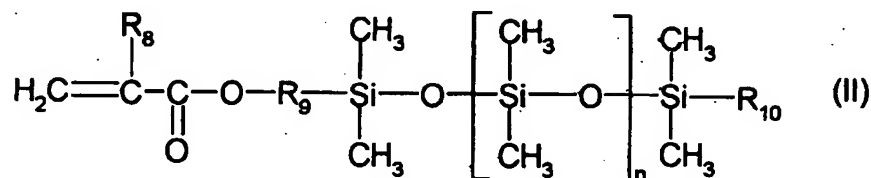
## 【請求項8】

マクロモノマーが200から100000、好ましくは300から50000、特に500から20000の範囲の重量平均分子量(Mw)を有する請求項1ないし7の何れか1項に記載のディスパーション。

## 【請求項9】

マクロモノマーが、モノアクリロイルオキシ又はモノメタクリロイルオキシ末端基を含むポリジメチルシロキサン類、特に次の式(II)：

## 【化2】



(上式中、

- R8は水素原子又はメチル基、好ましくはメチル基を示し；
  - R9は1から10の炭素原子を含む二価の直鎖状又は分枝状炭化水素基であって、場合によっては一又は二のエーテル結合-O-を含む基を表し；好ましくはR9はエチレン、プロピレン又はブチレンを表し；
  - R10は1から10の炭素原子、特に2から8の炭素原子を含む直鎖状又は分枝状アルキル基を表し；好ましくはR10はメチル、エチル、プロピル、ブチル又はペンチルを表し；
  - nは1から300、特に3から200、好ましくは5から100の整数である)
- のものから選択される請求項1ないし8の何れか1項に記載のディスパーション。

## 【請求項10】

マクロモノマーが上記ポリマーの全重量に対して2重量%から16重量%、好ましくは4重量%から15重量%、更に好ましくは6重量%から12重量%、更には8重量%から10重量%の割合でポリマー中に存在する請求項1ないし9の何れか1項に記載のディスパーション。

## 【請求項11】

ポリマーの重量平均分子量(Mw)が10000から30000の間、特に20000と200000の間、更には25000と150000の間である請求項1ないし10の何れか1項に記載のディスパージョン。

【請求項12】

上記ポリマー粒子が10から400nm、好ましくは20から200nmの範囲の平均粒径を有する請求項1ないし11の何れか1項に記載のディスパージョン。

【請求項13】

固形物40重量%から70重量%、特に45重量%から65重量%の固形含量(又は乾燥抽出物)を持つ請求項1ないし12の何れか1項に記載のディスパージョン。

【請求項14】

化粧品的に又は製薬的に許容可能な媒体中に請求項1ないし13の何れか1項に記載のディスパージョンを含む化粧品又は製薬組成物。

【請求項15】

ディスパージョンが組成物中に3重量%から95重量%、特に4-90重量%又は更には20-70重量%の割合で存在する請求項14に記載の組成物。

【請求項16】

ロウ、油、ガム及びペースト状脂肪物質で、炭化水素ベース又はシリコンベースであるものから選択される脂肪物質；及び／又は顔料、フィラー及び／又は真珠光沢剤等の粉状化合物；及び／又は抗酸化剤、香料、精油、保存料、化粧品活性剤、保湿剤、ビタミン類、必須脂肪酸、スフィンゴ脂質、サンスクリーン剤、界面活性剤、脂溶性ポリマー、例えばポリアルキレン類、特にポリブテン、ポリアクリレート類及びシリコンポリマーで脂肪物質と相容性のものを更に含む請求項14又は15に記載の組成物。

【請求項17】

皮膚又はケラチン物質のためのケア、クレンジング又はメイクアップ組成物、ヘアケア組成物又は抗日光組成物の形態である請求項14ないし16の何れか1項に記載の組成物。

【請求項18】

皮膚、頭皮、毛、眉、唇及び爪等のケラチン物質をケアし、クレンジングし、及び／又はメイクアップするための美容処理方法において、請求項14ないし17の何れか1項に記載の組成物を上記ケラチン物質に適用することからなる方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、シリコン媒体へのアクリルポリマーからなる粒子の安定なディスパージョン(分散液)、並びにこれらディスパージョンの化粧品組成物における使用とこのようにして得られた組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

有機媒体へポリマー分子を分散させたポリマー分子ディスパージョンを、マスカラ、アイライナー、アイシャドウ又はネイルラッカーのような様々な化粧品処方物中に皮膜形成剤として使用することは従来から行われている。

しかして、欧州特許出願公開第0749747号明細書は非水性媒体に不溶性であるポリマー分子のディスパージョンを含有する組成物を開示しており、そのディスパージョンは安定化ポリマーを添加することによって安定化されている。この文献に記載の安定化ポリマーは上述の不溶性ポリマーと物理的相互作用を介して非共有的に結合する。

【0003】

しかし、このタイプの組成物には次のような欠点がある：上記粒子の比較的安定なディスパージョンを得るには、不溶性ポリマー粒子に効果的に結合する量より多い量の「安定化」ポリマーを非水性媒体に添加することが必要となる。しかし、このような組成物に顔料のようなアジュバントを添加する際、安定化ポリマーの幾らかが不溶性ポリマー粒子か

10

20

30

40

50

ら脱離して上記アジュバントと結合する傾向があり、このために、特にポリマー粒子間に凝集物が形成されることによって、ディスパージョンが不安定になる。

特開平11-181003号公報は、安定化ポリマーを添加しないで固形粒子を形成するのに適したポリマーを開示している。しかし、これらの粒子は非水性有機媒体中では不安定であった。

【0004】

【特許文献1】欧州特許出願公開第0749747号明細書

【特許文献2】特開平11-181003号公報

【発明の開示】

【0005】

本出願人は驚いたことに安定化ポリマーを添加しないでシリコン媒体中で安定粒子を形成可能な新規ポリマーを発見した。

しかして、本発明の目的の一つは、シリコン有機媒体中に自己安定化(self stabilized)した個々のポリマー粒子が分散したディスパージョンであって、例えば該ディスパージョンを室温(20℃)で一泊(24時間)放置した後、目で見ても不溶性沈殿物と粒子凝集物がないディスパージョンを提案することにある。

更に、これまでに調製されている非水性媒体へのポリマー粒子ディスパージョンのなかには、皮脂又は脂肪(例えば油)に対して劣った耐性を示すものがあることが分かった。これは、ある範の化粧品組成物、特にファンデーションや口紅のようなメイクアップ組成物では用いることはできず、経時的に耐性が劣ることになる。

【0006】

よって、本発明の目的は、また、改良された耐性、特に脂肪及び皮脂に対して耐性を有し、また良好な耐移り性を有すると同時に、べとつきの問題もない組成物を提案することにある。

本発明の第一の主題は、非水性シリコン媒体に、該媒体に不溶性である骨格と、該骨格に共有結合した側鎖からなる上記媒体に可溶性である部分とを含む少なくとも一のアクリルポリマーからなる粒子が分散したディスパージョンであって、上記ポリマーが、

一 場合によってはアクリル酸、メタクリル酸及び式(1)の(メタ)アクリル酸アルキル、及びその塩から選択される一又は複数の付加的モノマーの存在下で、上記不溶性骨格を形成するための、(メタ)アクリル酸C1-C8アルキルから単独に又は混合物として選択される第一モノマーと；

一 重合中に反応して上記側鎖を形成可能な末端基を含む少なくとも一のシリコンマクロモノマーであって、200以上の重量平均分子量を持ちポリマーの0.05重量%から20重量%を占めるマクロモノマーと；

からなる重合性混合物の上記媒体中でのフリーラジカル重合によって得ることが可能である、ディスパージョンにある。

本発明の他の主題は、化粧品的に又は製薬的に許容可能な媒体中に上述したディスパージョンを含んでなる化粧品又は製薬組成物にある。

【0007】

本発明に係るディスパージョンはよって欧州特許出願公開第749747号に記載されたもののような安定化ポリマーを含んでおらず、本発明に係るポリマーは従ってそのような付加的な安定化ポリマーで表面が安定化されていない。

本発明に係るディスパージョンはよって非水性のシリコン媒体を含有する。

「非水性媒体」という表現は以下に定義される一又は複数のシリコン化合物からなる媒体を意味し、該媒体は場合によっては1重量%まで水を含みうる。

【0008】

「シリコン媒体」という表現は以下に定義される一又は複数のシリコン化合物から主としてなる媒体、つまり、上記シリコン化合物が、該媒体を構成する「シリコン化合物+含まれる非シリコン化合物+含まれる水」の液体全成分の少なくとも50重量%、特に50重量%から100重量%、例えば60重量%から99重量%あるいは更に

10

20

30

40

50

は65重量%から95重量%を表す媒体を意味する。

よって、上記媒体は、場合によっては、媒体の全重量に対して最大量で50重量%、特に0から40重量%あるいは更には1重量%から35重量%、なお更には5-30重量%で存在する非シリコン化合物を含有する。

好ましくは、シリコン媒体は液体である。

#### 【0009】

上記シリコン媒体中に存在するシリコン化合物としては、 $17(\text{MPa})^{1/2}$ 以下のハンセン溶解性空間の包括的溶解パラメータを有する非水性シリコン液体化合物を挙げることができる。

ハンセン溶解空間の包括的溶解パラメータ $\delta$ は、エリック・エー・グラルケ(Eric A. G. 10  
rulke)の「ポリマーハンドブック」(第3版)のVII章、519-559頁の「溶解パラメータ値」の文献に、次の関係:

$$\delta = (d_D^2 + d_P^2 + d_H^2)^{1/2}$$

[上式中、

- $d_D$ は、分子衝突中に誘発される双極子の形成により生じるロンドンの分散力を特性付け、

- $d_P$ は、永久双極子間のデバイの相互作用の力を特性付け、

- $d_H$ は、(水素結合、酸/塩基又は供与体/受容体等の)特定の相互作用の力を特性付ける]

によって定義されている。

ハンセンの溶解空間における溶媒の定義は、シー・エム・ハンセン(C.M. Hansen)の「3次元溶解パラメータ」[J. Paint Technol. 39, 105(1967)]の文献に記載されている。

#### 【0010】

特に、分枝していてもよい揮発性及び/又は非揮発性シリコン油を挙げることができる。

「揮発性油」という用語は、皮膚又は唇から1時間以内に蒸発可能であり、特に室温及び大気圧で $10^{-3} \text{ mmHg}$ から300 mmHg(0.13 Paから40000 Pa)の範囲の蒸気圧を有する油を意味する。

本発明において使用することができる揮発性シリコン油としては、2から7のケイ素原子を含む直鎖状又は環状シリコン類で、1から10の炭素原子を含むアルキル又はアルコキシ基を含んでもよいシリコン類を挙げることができる。特に、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、ヘキサメチルヘキシルトリシロキサン、ヘキサメチルオクチルトリシロキサン、オクタメチルトリシロキサン及びデカメチルテトラシロキサン、並びにその混合物を挙げることができる。

#### 【0011】

挙げることができる非揮発性シリコン油には、非揮発性ポリジメチルシロキサン類(PDMS)のような非揮発性ポリジアルキルシロキサン類；シリコン鎖の末端にあってもペンダント基でもよいアルキル、アルコキシ又はフェニル基であって、2から24の炭素原子を含む基を含むポリジメチルシロキサン類；フェニルトリメチコン類、フェニルジメチコン類、フェニルトリメチルシロキシジフェニルシロキサン類、ジフェニルジメチコン類、ジフェニルメチルジフェニルトリシロキサン類及びポリメチルフェニルシロキサン類のようなフェニルシリコン類；脂肪酸(特に $\text{C}_8-\text{C}_{20}$ )、脂肪アルコール(特に $\text{C}_8-\text{C}_{20}$ )又はポリオキシアルキレン(特にポリオキシエチレン及び/又はポリオキシプロピレン)で変性したポリシロキサン類；アミノポリシロキサン類；ヒドロキシル基を含むポリシロキサン類；水素の全部か一部がフッ素原子で置き換えられた1から12の炭素原子を含む、シリコン鎖の末端にあるかペンダント基であるフルオロ基を含むフルオロポリシロキサン類；並びにその混合物が含まれる。

#### 【0012】

20

30

40

50

シリコーン媒体中に少量で存在する非シリコーン化合物としては、 $17(\text{MP}\alpha)^{1/2}$  未満のハンセン溶解性空間の包括的溶解パラメータを有する非水性非シリコーン液体化合物： $20(\text{MP}\alpha)^{1/2}$  以下のハンセン溶解性空間の包括的溶解パラメータを有するモノアルコール類；並びにその混合物が挙げられる。

非水性非シリコーン液体化合物としては、液状脂肪物質、特に油を挙げることができる。それは、天然又は合成の、炭素ベース油、炭化水素ベース油及びフルオロ油で、分枝していてもよいものから単独で又は混合物として選択することができる。これらの油としては、脂肪酸エステルとポリオールから形成された植物性油、特にトリグリセリド類、例えばヒマワリ油、ゴマ油又は菜種油、あるいは長鎖（つまり6から20炭素原子を含む鎖）を含むアルコール又は酸から誘導されたエステル、特にRが7から19の炭素原子を有する高級脂肪酸残基を表し、R'が3から20の炭素原子を有する炭化水素ベース鎖を表す式  $\text{RCOOR}'$  のエステル、例えばパルミチン酸エステル、アジピン酸エステル及び安息香酸エステル、特にアジピン酸ジイソプロピルを挙げることができる。また、揮発性であってもよい直鎖状、分枝状及び／又は環状アルカン、特に流動パラフィン、流動ワセリン又は水添ポリイソブチレン、イソドデカン又は「アイソパー(Isopars)」、揮発性イソパラフィンを挙げることができる。また、6を越える炭素原子を含む直鎖状、分枝状又は環状エステル類；6を越える炭素原子を含むエーテル類；及び6を越える炭素原子を含むケトン類を挙げることができる。

#### 【0013】

「 $20(\text{MP}\alpha)^{1/2}$  以下のハンセン溶解空間の包括的溶解パラメータを有するモノアルコール」という表現は、6から30の炭素原子を含む、炭化水素含有鎖が置換基を含有していない脂肪族脂肪モノアルコールを意味し、オレイルアルコール、デカノール、ドデカノール、オクタデカノール及びリノレイルアルコールを挙げることができる。

ポリマー骨格を形成するモノマーの選択、マクロモノマー、ポリマーと側鎖の分子量及びポリマー中のモノマーとマクロモノマーの割合の選択は、上記媒体中で安定なポリマー粒子ディスパージョンを得るようにシリコーン媒体の関数としてなされ、この選択は当業者によってなされる。

#### 【0014】

本発明において、「安定なディスパージョン」という用語は、特に例えば4000rpmで15分間の遠心分離後に液／固相分離を生じたり又は固形沈殿物を形成することがないディスパージョンを意味する。

ディスパージョン中の粒子を形成するアクリルポリマーは、よって上記媒体に不溶性である骨格と上記媒体に可溶性である部分を含む。

これらのポリマーは様々な形態、特にランダムポリマーの形態をとりうる。

#### 【0015】

本発明において、「アクリルポリマー」という用語は、

- 単独又は混合物としての(メタ)アクリル酸C1-C8アルキルタイプの第一モノマーと、
  - アクリル酸、メタクリル酸、式(I)の(メタ)アクリル酸アルキル、及びその混合物から選択される可能な付加的モノマーと、
  - 又は複数のマクロモノマーと、
- からなる重合性混合物の、与えられた非水性シリコーン媒体中又は重合媒体中でのフリーラジカル重合によって得ることができるポリマーを意味する。

好ましくは、第一モノマー又は第一モノマーの混合物は、「第一モノマー+付加的なモノマー」の混合物の50-100重量%、特に55から95重量%又は更には60から80重量%を占める。

#### 【0016】

本発明において、「マクロモノマー」という用語は、重合反応中にモノマーと反応して側鎖を形成することができる好ましくは重合性の末端基をその末端の一方のみに含むあらゆるポリマー、特にオリゴマーを意味し、上記基は骨格を構成するモノマーとフリーラジ

10

20

30

40

50



カル重合を受けることができるエチレン性不飽和基でありうる。

好ましくは、マクロモノマーは、そのホモポリマーが当該シリコン媒体に可溶性である、つまり上記媒体中に室温で5重量%以上の濃度で十分に溶解するマクロモノマーから選択される。

#### 【0017】

よって、本発明に係るポリマーは、考慮下の媒体に不溶性であるポリマーの形態であり、シリコンマクロモノマーの反応から誘導される側鎖（又はグラフト）と特に一又は複数のアクリルモノマーの重合から生じる単位、特にアクリル単位の配列からなる骨格（又は主鎖）を含み、上記側鎖は上記主鎖に共有結合している。

骨格（又は主鎖）は考慮下の媒体に不溶性である一方、側鎖（又はグラフト）は上記媒体に可溶性である。 10

#### 【0018】

重合後にポリマーの不溶性骨格を構成するために使用することができる第一モノマーとしては、アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル、アクリル酸エチル、メタクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、メタクリル酸n-プロピル、アクリル酸イソプロピル及びメタクリル酸イソプロピルを、単独で又は混合物として挙げるることができる。

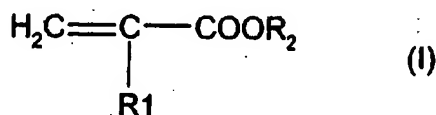
アクリル酸メチル、メタクリル酸メチル及びメタクリル酸エチルが最も好適である。

#### 【0019】

重合後にアクリルポリマーの不溶性骨格を構成するために、上記第一モノマー又は第一モノマー混合物と共に場合によっては使用される付加的なモノマーは、 20

- (メタ)アクリル酸とその塩、
- 式(I)の(メタ)アクリレートとその塩：

#### 【化1】



（上式中、

-  $\text{R}_1$  は水素原子又はメチル基を示し；

-  $\text{R}_2$  は、 30

- 1 から 6 の炭素原子を含む直鎖状又は分枝状アルキル基であって、その鎖中に一又は複数の酸素原子を含み、及び／又は -OH、ハロゲン原子（F、Cl、Br又はI）及び -NR'R''（ここで、R'とR''は同一でも異なってもよく、直鎖状又は分枝状 C1-C3 アルキル基から選択される）から選択される一又は複数の置換基を含む基；

- 3 から 6 の炭素原子を含む環状アルキル基であって、その鎖中に一又は複数の酸素原子を含むことができ、及び／又は OH 及びハロゲン原子（F、Cl、Br又はI）から選択される一又は複数の置換基を含むことができる基；  
を表す）

から、単独で又は混合物として選択される。

#### 【0020】

挙げるることができる  $\text{R}_2$  の例には、メトキシエチル、エトキシエチル、トリフルオロエチル、2-ヒドロキシエチル、2-ヒドロキシプロピル、ジメチルアミノエチル、ジエチルアミノエチル又はジメチルアミノプロピル基が含まれる。

これら付加的なモノマーのなかでも、特に、(メタ)アクリル酸メトキシエチル又はエトキシエチル；メタクリル酸トリフルオロエチル；メタクリル酸ジメチルアミノエチル、メタクリル酸ジエチルアミノエチル、メタクリル酸2-ヒドロキシプロピル、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシプロピル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル；及びその塩が、単独で又は混合物として挙げられる。

アクリル酸とメタクリル酸が最も好適である。

#### 【0021】

挙げることができる塩は、無機塩基、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム又は水酸化アンモニウム、又は有機塩基、例えばアルカノールアミン類、例えばモノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン又は２-メチル-２-アミノ-１-プロパノールとの酸基の中和によって得られるものである。

例えば無機又は有機酸を用いて、第３級アミン基の中和によって形成されるものをまた挙げることができる。挙げることができる無機酸は硫酸、塩酸、臭化水素酸、ヨウ化水素酸、リン酸及びホウ酸である。挙げることができる有機酸は、一又は複数のカルボン酸、スルホン酸又はホスホン酸基を含む酸である。それらは直鎖状、分枝状又は環状脂肪酸、あるいは芳香族酸でありうる。これらの酸はOとNから選択される一又は複数のヘテロ原子を、例えばヒドロキシ基の形態で含んでいてもよい。有機酸の例には、酢酸、プロピオン酸、テレフタル酸、クエン酸及び酒石酸が含まれる。

10

#### 【0022】

これらの非重合の第一及び付加的モノマーは考慮下の媒体に可溶性であってもよいが、適切な量での重合後には不溶性になることが理解され、これが本発明の目的である。

反応後に本発明のポリマーの側鎖を構成するマクロモノマーは、重合中にアクリル及びビニルモノマーと反応して上記鎖を形成することができる末端基を鎖末端に含み、上記末端基は特にビニル又は(メタ)アクリロイルオキシ基(アクリレート又はメタクリレート)である。

#### 【0023】

マクロモノマーは好ましくはシリコンマクロモノマー、特にホモポリマーが25℃以下、特に-100℃から25℃の範囲、好ましくは-80℃から0℃の範囲のガラス転移温度(T<sub>g</sub>)を持つものから選択される。

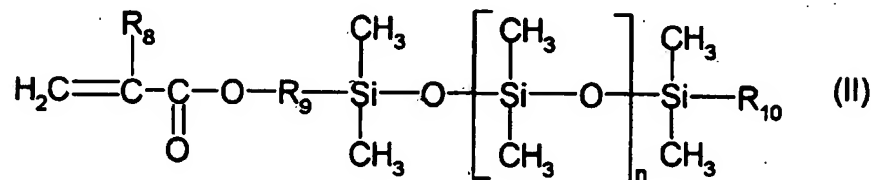
20

好ましくは、本発明に係るマクロモノマーは、200から100000、好ましくは300から50000、特に500から20000、より好ましくは800から10000、例えば1000から6000の範囲の重量平均分子量(M<sub>w</sub>)を有する。

#### 【0024】

特に、モノアクリロイルオキシ又はモノメタクリロイルオキシ末端基を含むポリジメチルシロキサン類、特に次の式(II)：

#### 【化2】



30

(上式中、

- R<sub>8</sub>は水素原子又はメチル基、好ましくはメチル基を示し；
  - R<sub>9</sub>は1から10の炭素原子を含む二価の直鎖状又は分枝状炭化水素基であって、場合によっては一又は二のエーテル結合-O-を含む基を表し；好ましくはR<sub>9</sub>はエチレン、プロピレン又はブチレンを表し；
  - R<sub>10</sub>は1から10の炭素原子、特に2から8の炭素原子を含む直鎖状又は分枝状アルキル基を表し；好ましくはR<sub>10</sub>はメチル、エチル、プロピル、ブチル又はペンチルを表し；
  - nは1から300、特に3から200、好ましくは5から100の整数である)
- のものを挙げることができる。

40

#### 【0025】

モノメタクリロイルオキシプロピルポリジメチルシロキサン類、例えばUCT(United Chemical Technologies Inc.)によってP'S 560-K6の名で、又はゲレスト・インク(Gelst Inc.)からMCR-M17の販売されているものを挙げることができる。

マクロモノマーは上記ポリマーの全重量に対して2重量%から16重量%、好ましくは

50

4重量%から15重量%、更に好ましくは6重量%から12重量%、更には8重量%から10重量%の割合で本発明のポリマー中に存在する。

#### 【0026】

本発明において特に好適なポリマーは、次のものの重合によって得られるものである：

－ 特にデカメチルシクロペンタシロキサン又はフェニルトリメチコーン中での、特に800から5000のMWのモノメタクリロイルオキシプロピルポリジメチルシロキサンマクロモノマーとアクリル酸メチル。

－ 特にデカメチルシクロペンタシロキサン又はフェニルトリメチコーン中での、特に800から5000のMWのモノメタクリロイルオキシプロピルポリジメチルシロキサンマクロモノマーとアクリル酸メチルとアクリル酸。

ポリマーの重量平均分子量(MW)は好ましくは10000から300000の間、特に20000と200000の間、更には25000と150000の間である。

#### 【0027】

与えられたシリコーン媒体中における上述の特性によって、ポリマーはそれ自身の上に折り畳まれる能力を持っており、よって実質的に球状の形状の固形粒子を形成し、これら粒子の周囲には分散した側鎖があり、それがこれら粒子の安定性をもたらす。本発明のポリマーの特性から生じるこのような粒子は、上記媒体中で凝集せず、よって自己安定化し、特に安定なポリマー粒子ディスパージョンを形成するという特定の特徴を有している。

特に、本発明に係るポリマーは10から400nm、好ましくは20から200nmの範囲の平均粒径を有するナノメータサイズの固形粒子を形成することができる。

#### 【0028】

この非常に小さいサイズのために、ディスパージョンの成分の一部を形成する固形粒子は特に安定であり、よって凝集する恐れは殆どない。

よって、本発明のディスパージョンは、考慮下の媒体中で安定であり、長い期間の間（例えば24時間）室温（25℃）に置かれたとき沈殿を形成しないディスパージョンである。

好ましくは、粒子ディスパージョンは、固形物40重量%から70重量%、特に45重量%から65重量%の固形含量（又は乾燥抽出物）を持つ。

#### 【0029】

上記ポリマー又は上記ポリマー粒子ディスパージョンは、上述した一又は複数のシリコーンマクロモノマーと上述した一又は複数のアクリルモノマーの、上述の定義に対応する媒体中でのフリーラジカル共重合を実施することからなる工程を含む方法によって調製することができる。

共重合は重合開始剤の存在下で常套的に実施することができる。重合開始剤はフリーラジカル開始剤でありうる。一般に、そのような重合開始剤は有機過酸化化合物、例えば過酸化ジラウロイル、過酸化ジベンゾイル又はペルオキシ 2-エチルヘキサン酸tertブチル；ジアルコ化合物、例えばアソビスイソプロピロニトリル又はアソビスジメチルバレロニトリルから選択することができる。

#### 【0030】

反応はまた光開始剤を使用して又はUV又は中性子のような放射線又はプラズマで、開始させることができる。

一般に、このプロセスを実施するには、シリコーン媒体の少なくとも一部、重合後に不溶性骨格を構成するアクリル及び／又は付加的モノマーの一部、マクロモノマーの全部（ポリマーの側鎖を構成）及び重合開始剤の一部を、そのサイズが調製するポリマー量に適した反応器中に導入する。この導入段階で反応媒体は比較的均質な媒体を形成する。

#### 【0031】

ついで反応媒体を所定の温度まで加熱してモノマーとマクロモノマーの重合を達成する。所定の時間後、最初は均一で透明な媒体は乳白色の外観のディスパージョンになる。ついで、重合開始剤とモノマーの残りの部分からなる混合物を添加する。十分な時間、しながら混合物を加熱すると、媒体は乳白色のディスパージョン形態で安定化し、

10

20

30

40

50

ディスページョンはつくり出された安定化したポリマー粒子を媒体中に含み、上記安定化は上記媒体に可溶性である側鎖の存在による。シリコーン媒体とは異なる重合媒体中でポリマー粒子ディスページョンを調製することもでき、その媒体は、重合後に、本発明に係る非水性媒体によって更に置き換えられる。

#### 【0032】

本発明に係るポリマー粒子ディスページョンはあらゆるタイプの組成物、特に化粧品の又は製薬的に許容可能な媒体を含有する化粧品又は製薬組成物、例えば皮膚又はケラチン物質用のケア、クレンジング又はメイクアップ組成物、ヘアケア組成物又は抗日光組成物に使用することができる。

ディスページョンは組成物中に3重量%から95重量%、特に4-90重量%又は更には20-70重量%の割合で存在する。好ましくは、組成物は、組成物の全重量に対して、0.5重量%から25重量%、特に1重量%から20重量%、より特定のには4重量%から17重量%、最も好ましくは5重量%から15重量%の乾燥物質の本発明のポリマーを含有する。

#### 【0033】

望まれる用途に応じて、組成物は化粧品又は製薬的組成物に通常導入されるアジュバントを含みうる。

挙げることができるこれらのアジュバントは、脂肪物質、特にロウ、油、ガム及び／又はペースト状脂肪物質で、炭化水素ベース及び／又はシリコーンベースであるもの、及び粉状化合物、例えば顔料、フィラー及び／又は真珠光沢剤である。

本発明に係る組成物中に存在するロウとしては、炭化水素ベースのロウ、例えばミツロウ；カルナウバロウ、キャンデリラロウ、オーリクリーロウ(ouricury wax)、モクロウ、コルク繊維ロウ又はサトウキビロウ、パラフィン、褐炭ロウ；マイクロクリスタリンワックス；ラノリンロウ；モンタンロウ；オゾケライト；ポリエチレンロウ；フィッシャートロアッシュ合成により得られるロウ；水添油、25℃で固体のグリセリド及び脂肪エステルを、単独に又は混合物として挙げることもできる。また、シリコーンロウを使用することもでき、このようなものとしては、アルキル及びアルコキシポリメチルシロキサン、及び／又はポリメチルシロキサンエステルを挙げることもできる。

#### 【0034】

本発明に係る組成物中に存在する油としては、炭化水素ベースの油、例えば流動パラフィン又は流動ワセリン；ベルヒドロスクワレン；アララ油；スイートアルモンド油、美葉(beauty leaf)油、パーム油、ヒマシ油、アボカド油、ホホバ油、オリーブ油又は穀類芽油；ラノリン酸、オレイン酸、ラウリン酸又はステアリン酸のエステル類；アルコール類、例えばオレイルアルコール、リノレイルアルコール、リノレニルアルコール、イソステアリルアルコール又はオクチルドデカノールを単独に又は混合物として挙げることもできる。またシリコーン油、例えばフェニル化されていてもよいPDMS類、特にフェニルトリメチコーンを挙げることもできる。揮発性油、例えば、シクロテトラジメチルシロキサン、シクロペンタジメチルシロキサン、シクロヘキサジメチルシロキサン、メチルヘキサジメチルシロキサン、ヘキサメチルジシロキサン又はイソパラフィン類も挙げられる。

#### 【0035】

顔料は白色又は有色で、無機及び／又は有機でありうる。無機顔料としては、二酸化チタン、二酸化ジルコニウム又は二酸化セリウム、並びに、酸化亜鉛、酸化鉄又は酸化クロム、及びフェリックスブルーを挙げることもできる。有機顔料としては、カーボンブラック及びバリウム、ストロンチウム、カルシウム又はアルミニウムのレーキ類を挙げることもできる。

真珠光沢剤は、酸化チタン、酸化鉄、天然顔料又はオキシ塩化ビスマスで被覆されたマイカ、並びに有色のチタンマイカから選択することができる。

#### 【0036】

フィラーは、ラメラ状又は非ラメラ状で、無機又は有機のものできる。タルク、マイ

10

20

30

40

50

カ、シリカ、カオリン、ナイロン粉末、ポリエチレン粉末、テフロン(登録商標)、テンフン、チタンマイカ、天然真珠光沢剤、窒化ホウ素、中空ミクロスフィア、例えばエクスパンセル(ノーベルインダストリー社)、ポリトラップ(Polytrap)(ダウコーニング社)及びシリコン樹脂マイクロビーズ(例えば東芝のトスパール(Tospearls))を挙げることができる。

#### 【0037】

組成物はまた化粧品に通常使用されている任意の添加剤、例えば、抗酸化剤、香料、精油、保存料、化粧品活性剤、保湿剤、ビタミン類、必須脂肪酸、スフィンゴ脂質、サンスクリーン剤、界面活性剤、脂溶性ポリマー、例えばポリアルキレン類、特にポリアテン、ポリアクリレート類及びシリコンポリマーで脂肪物質と相容性のものを更に含む。言うまでもなく、当業者であれば、考えられる添加により、本発明に係る組成物の有利な特性が悪影響を受けないが、実質的に受けないように留意して、この又はこれらの任意の更なる化合物及び／又はその量を選択するのである。

#### 【0038】

本発明に係る組成物は、化粧品、衛生又は製薬組成物に対して許容され一般的であるあらゆる形態をとり得、特に、水中油型又は油中水型エマルジョン、ローション、ムース又はスプレーの形態をとりうる。

本発明が好ましい標的とする用途としては、特に、

- ー ヘアケア製品(毛髪の洗浄、ケア又は美容)の分野、本発明に係る組成物は特にエアソール、ムース、シャンプー、コンディショナー、スタイリング又はトリートメントローション又はゲル、及びシェービング、ヘアセット又は固定ラッカー又はローションの形態である；
- ー メークアップ製品、特に 毛のメークアップの分野、該組成物はマスカラ又はアイライナー；口紅、リップグロス、ファンデーション、メークアップルージュ又はアイシャドウの形態である；
- ー 身体の皮膚及び顔の皮膚のためのケア製品、特に抗日光製品又は日焼け用製品の分野

を挙げることができる。

本発明の主題はまた皮膚、頭皮、毛、眉、唇又は爪のようなケラチン物質のためのケア、クレンジング及び／又はメークアップのための美容処理方法であって、上述の組成物を上記ケラチン物質に適用することからなる方法である。

#### 【実施例】

#### 【0039】

以下に、本発明を、非限定的な例証のために記載する次の実施例によって更に詳細に説明する。

本実施例は、所定の媒体への粒子ディスパージョンを形成可能な本発明に係るポリマーの調製を例証する。

これらの実施例では、ポリマーの重量平均分子量(Mw)及び数平均分子量(Mn)、ポリマーのガラス転移温度、ディスパージョンの固形含量(又は乾燥抽出物)及びポリマー粒子のサイズが、上記ディスパージョンの調製後に測定される。

重量平均(Mw)及び数平均(Mn)分子量は、ゲル透過液体クロマトグラフィー(GPC)溶媒、線形ポリスチレン標準物を用いて樹立した検量線、屈折検出器)によって測定される。

#### 【0040】

ガラス転移温度(Tg)の測定は示差熱分析(DSC「示差走査熱量測定法」)によってASTM規格D3418-97に従って、150μlのアルミニウム坩堝中、10℃/分の加熱速度で-100℃と+150℃の間の温度範囲に対して熱量計にて実施される。

坩堝は次のようにして準備される：100μlの得られたディスパージョンを150μlのアルミニウム坩堝中に導入し、溶媒を室温及び50%R.H.にて24時間にわたって蒸発させる。操作を繰り返した後、坩堝をMettler DSC 30 熱量計中に導入する。

固形含量（又は乾燥抽出物）、つまり非揮発性物質の量は、様々な方法で測定することができる：例えばオープン乾燥による方法又は赤外線にさらすことによって乾燥させる方法を挙げることができる。

#### 【0041】

固形含量は、好ましくは、2 μm から 3.5 μm の波長の赤外線によって試料を加熱することによって測定する。高蒸気圧を有する組成物中に含まれる物質はこの照射の作用によって蒸発する。試料の重量損失を測定すると組成物の乾燥抽出物を測定することができる。これらの測定はMettlerから市販のLP16赤外線乾燥器を用いて実施される。この方法はMettlerによって供給される機器の説明書に詳細に記載されている。

測定プロトコールは次の通りである：約1gの組成物を金属カップ上に広げる。乾燥器にこのカップを導入し、120℃の名目温度に1時間さらす。初期質量に相当する試料の湿式質量と、照射に暴露した後の質量に対応する試料の乾燥質量を、精密天秤を用いて測定する。 10

固形含量は、次の式：

$$\text{乾燥抽出物} = 100 \times (\text{乾燥質量} / \text{湿潤質量})$$

によって計算される。

#### 【0042】

粒子径は様々な方法によって測定することができる：特に光散乱式技術（動的及び静的）、コールター（Coulter）カウンター法、沈降速度測定法（ストークスの法則による粒径に関連）及び顕微鏡を挙げることができる。これらの技術により粒子の直径と、その幾つかの方法では粒径分布を測定することができる。 20

本発明に係る組成物中の粒子の粒径と粒径分布は、好ましくは、Malvern社のMasterSizer 2000のような市販の粒度計を用いて静電光散乱法によって測定される。データはMie散乱理論をベースとして処理される。この理論は、等方性の粒子に対して正確であり、非球状粒子の場合には「有効」粒子径を決定することができる。この理論は特にVan de Hulst, H.C., 「Light Scattering by Small Particles」9章及び10章, Wiley, New York, 1957の刊行物に記載されている。

#### 【0043】

組成物は次の式：

#### 【数1】

$$D[4.3] = \frac{\sum_i V_i \cdot d_i}{\sum_i V_i}$$

（上式中、 $V_i$  は有効直径  $d_i$  の粒子の体積を表す）

で定義される体積  $D[4.3]$  によるその平均「有効」直径によって特徴付けられる。このパラメータは特に粒度計の技術文献に記載されている。

#### 【0044】

測定は次のようにして組成物から得られる希釈粒子ディスパージョンで25℃にて実施される：1）水での100倍希釈、2）溶液の均質化、3）18時間溶液を静置、4）やや白い均一な上清の回収。 40

「有効」直径は水の屈折率を1.33とし、粒子の平均屈折率を1.42とすることにより得られる。

#### 【0045】

##### 実施例1

この実施例はシリコーン溶媒への粒子ディスパージョンを形成するポリマーの調製を例証し、該ポリマーは、モノメタクリルオキシフクロヒルジメトキシシランマクロモノマー（PS560-K6）の存在下でのアクリル酸メチルの重合によって得られる。

15.0gのデカメチルシクロペンタシロキサン、12.75gのアクリル酸メチル、2 50

25gのモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシロキサン(Mw=1000のPS560-K6)及び0.8gのペルオキシ 2 エチルヘキサン酸tertブチル(Triponox 218)を500mlの反応器に仕込んだ。

反応混合物をし1時間かけて90℃に加熱した。90℃で15分経つと、透明な外観から乳白色の外観へ変わる反応媒質の外観変化が観察された。をしながらの加熱を更に15分間継続した後、35gのアクリル酸メチルと0.5gのTriponox 218からなる混合物を1時間かけて滴下した。ついで90℃で4時間加熱した後、反応媒質からヘフタンを蒸留した。この加熱操作後、デカメチルシクロペンタシロキサン(D5)へのポリマー粒子の安定なディスパージョンが得られた。

【0046】

ポリマーと該ポリマーによって形成された粒子の特性は次のとおりである：

- 重量平均分子量Mw：186800
- 数平均分子量Mn：36830
- 多分散性指数(Mw/Mn)=5.07
- ガラス転移：Mettler DSCにて7℃
- 乾燥抽出物：熱バランスによって実施して、D5中25%
- 粒子径：Malvern Autosizer Lo Cを用いて25℃で実施して、0.05の多分散性で160nm。

マクロモノマーはポリマーの4.5重量%を占める。

得られたディスパージョンの安定性を次の安定性プロトコールを実施することによって証明した：8mlの調製したディスパージョンを溶血チューブに入れ、Jouan C100 85遠心分離器を用いて4000rpmで15分遠心分離した。15分後、相分離がないことが観察され、ディスパージョンが安定であることが証明された。

【0047】

## 実施例2

この実施例はシリコン溶媒への粒子ディスパージョンを形成するポリマーの調製を例証し、該ポリマーは、モノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシロキサン(MCR-M17)マクロモノマーの存在下でのアクリル酸メチルの重合によって得られる。

200gのヘフタン、200gのデカメチルシクロペンタシロキサン、30gのアクリル酸メチル、10gのモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシロキサンマクロモノマー(Mw=5000のMCR-M17)及び3.2gのペルオキシ 2 エチルヘキサン酸tertブチル(Triponox 218)を1リットルの反応器に仕込んだ。

反応混合物をし1時間かけて90℃に加熱した。90℃で15分経つと、透明な外観から乳白色の外観への反応媒質の外観変化が観察された。をしながらの加熱を更に15分間継続した後、160gのアクリル酸メチルと2gのTriponox 218からなる混合物を1時間かけて滴下した。ついで90℃で4時間加熱した後、反応媒質からヘフタンを蒸留した。

【0048】

この蒸留操作後、デカメチルシクロペンタシロキサン(D5)中においてこのようにして調製されたポリマー粒子の安定なディスパージョンが得られた。

ポリマーと該ポリマーによって形成された粒子の特性は次のとおりである：

- 重量平均分子量Mw：102347
- 数平均分子量Mn：28283
- 多分散性指数(Mw/Mn)=3.62
- 乾燥抽出物：熱バランスによって実施して、D5中51.4%
- ガラス転移：Mettler DSCにて12℃
- 粒子径：Malvern Autosizer Lo Cを用いて25℃で実施して、0.04の多分散性で160nm。

マクロモノマーはポリマーの5重量%を占める。

実施例1の安定性プロトコールを実施したところ、得られたディスパージョンは安定で

10

20

30

40

50

あることが分かった。

【0049】

#### 実施例3

この実施例はシリコーン溶媒への粒子ディスパージョンを形成するポリマーの調製を例証し、該ポリマーは、アクリル酸メチルとモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシロキサンマクロモノマー（MCR-M17）の重合によって得られる。

200gのヘフタン、200gのデカメチルシクロペンタシロキサン、30gのアクリル酸メチル、16gのモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシロキサンマクロモノマー（ $M_w=5000$ のMCR-M17）及び3.2gのベルオキシ 2-エチルヘキサン酸tertブチル（Trigonox218）を1リットルの反応器に仕込んだ。

反応混合物を 1時間かけて90℃に加熱した。90℃で15分経つと、透明な外観から乳白色の外観への反応媒質の外観変化が観察された。 をしながらの加熱を更に15分間継続した後、154gのアクリル酸メチルと2gのTrigonox218からなる混合物を1時間かけて滴下した。ついで90℃で4時間加熱した後、反応媒質からヘフタンを蒸留した。

【0050】

この蒸留操作後、デカメチルシクロペンタシロキサン中においてポリマー粒子の安定なディスパージョンがこのようにして得られた。

ポリマーと該ポリマーによって形成された粒子の特性は次のとおりである：

- 重量平均分子量  $M_w$  : 118986
- 数平均分子量  $M_n$  : 29914
- 多分散性指数 ( $M_w/M_n$ ) = 3.98
- 乾燥抽出物：熱バランスによって実施して、D5中49.6%
- ガラス転移：Mettler DSCにて12℃
- 粒子径：Malvern Autosizer Lo Cを用いて25℃で実施して、0.04の多分散性で170nm。

マクロモノマーはポリマーの8重量%を占める。

実施例1の安定性プロトコールを実施したところ、得られたディスパージョンは安定であることが分かった。

【0051】

#### 実施例4

この実施例はシリコーン溶媒への粒子ディスパージョンを形成するポリマーの調製を例証し、該ポリマーは、アクリル酸メチルとモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシロキサンマクロモノマー（MCR-M17）の重合によって得られる。

200gのヘフタン、200gのフェニルトリメチコン、30gのアクリル酸メチル、10gのモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシロキサンマクロモノマー（ $M_w=5000$ のMCR-M17）及び3.2gのベルオキシ 2-エチルヘキサン酸tertブチルを1リットルの反応器に仕込んだ。

反応混合物を 1時間かけて90℃に加熱した。90℃で15分経つと、透明な外観から乳白色の外観への反応媒質の外観変化が観察された。 をしながらの加熱を更に15分間継続した後、160gのアクリル酸メチル及び2gのTrigonox218からなる混合物を1時間かけて滴下した。ついで90℃で4時間加熱した後、反応媒質からヘフタンを蒸留した。

【0052】

この蒸留操作後、このようにしてフェニルトリメチコンにおいて調製されたポリマー粒子の安定なディスパージョンが得られた。

ポリマーと該ポリマーによって形成された粒子の特性は次のとおりである：

- 重量平均分子量  $M_w$  : 95630
- 数平均分子量  $M_n$  : 25690
- 多分散性指数 ( $M_w/M_n$ ) = 3.72



- － 理論乾燥抽出物：フェニルトリメチコン中50%
- － ガラス転移：Mettler DSCにて12℃
- － 粒子径：Malvern Autosizer Lo Cを用いて25℃で実施して、0.04の多分散性で150nm。

マクロモノマーはポリマーの5重量%を占める。

実施例1の安定性プロトコールを実施したところ、得られたディスパージョンは安定であることが分かった。

【0053】

#### 実施例5

この実施例はシリコン溶媒への粒子ディスパージョンを形成するポリマーの調製を例証し、該ポリマーは、アクリル酸メチルとアクリル酸とモノメタクリルオキシプロピルジメチルシロキサンマクロモノマー（MCR-M17）の重合によって得られる。

200gのヘプタン、200gのD5、28gのアクリル酸メチル、14gのモノメタクリルオキシプロピルポリジメチルシロキサンマクロモノマー（ $M_w=5000$ のMCR-M17）及び3.2gのベルオキシ 2 エチルヘキサン酸tertブチルを1リットルの反応器に仕込んだ。

反応混合物を1時間かけて90℃に加熱した。90℃で15分経つと、透明な外観から乳白色の外観への反応媒質の外観変化が観察された。をしながらの加熱を更に15分間継続した後、120gのアクリル酸メチル、40gのアクリル酸及び2gのTrigonoX 218からなる混合物を1時間かけて滴下した。ついで90℃で4時間加熱した後、反応媒質からヘプタンを蒸留した。

【0054】

この蒸留操作後、D5中においてポリマー粒子の安定なディスパージョンがこのようにして得られた。

ポリマーと該ポリマーによって形成された粒子の特性は次のとおりである：

- － 理論乾燥抽出物：熱バランスによって実施して、D5中50%
- － ガラス転移：Mettler DSCにて12℃
- － 粒子径：Malvern Autosizer Lo Cを用いて25℃で実施して、0.04の多分散性で170nm。

マクロモノマーはポリマーの7重量%を占める。

実施例1の安定性プロトコールを実施したところ、得られたディスパージョンは安定であることが分かった。

【0055】

#### 実施例6：マスカラ組成物

以下の組成を有するマスカラを調製した：

ミツロウ	8g
パラフィンロウ	3g
カルナウバロウ	6g
塩化ジステアリルジメチルベンジルアンモニウム	5.3g
で変性されたヘクトライト (ElementisのBentone(登録商標)38V)	
炭酸プロピレン	1.7g
フィラー	1g
顔料	5g
実施例4のポリマーディスパージョン	12g AM*
イソドデカン	合計100gにする量

毛に塗布したところ、マスカラは非常に満足できるものであった。

【0056】

#### 実施例7：口紅スティック

以下の口紅組成物を調製した：

10

20

30

40

50

ポリエチレンロウ	15%
実施例3のポリマーディスパージョン	1.0% AM*
水添ポリイソブテン(日本油脂のパールリーム)	2.6%
顔料	8.6%
イソドデカン	合計100gにする量

唇に塗布したところ、得られた組成物は良好な化粧品特性を示した。

#### 【0057】

#### 実施例8：W/Oファンデーション

以下の化合物を含有するファンデーション組成物を調製した

A相	セチルジメチコーンコポリオール	3g	10
	(ゴールドシュミット社のAbil EM90)		
	コハク酸イソステアリルジグリセリル	0.6g	
	(Condea社のImwitor780K)		
	イソドデカン	18.5g	
	顔料混合物	10g	
	(疎水性酸化鉄及び酸化チタン)		
	実施例3のポリマーディスパージョン	8.7g AM	
	ポリアミド粉末(デュボンのナイロン 12)	8g	
	香料	適量	
B相	水	計100gにする量	20
	硫酸マグネシウム	0.7g	
	保存料(メチルパラベン)	適量	
C相	水	2g	
	保存料(ジアソリニル尿素)	適量	

得られた組成物は良好な化粧品特性を示した。

#### 【0058】

#### 実施例9

以下の組成を有する圧密化パウダーを調製した：

組成物A：			
-	タルク	30g	30
-	オキシ塩化ビスマス	10g	
-	ステアリン酸亜鉛	4g	
-	ナイロン粉末	20g	
-	実施例1のディスパージョン	5g	
組成物B：			
-	酸化鉄	2g	
-	流動ワセリン	6g	

このパウダーは次のようにして得た：組成物Aを穏やかにしながらケンウッドミルで約5分間粉碎し、組成物Bを添加し、混合物を同じ速度で約2分間粉碎した後、更に高速で3分間粉碎した。ついで、調製物を0.16mmスクリーンを用いてにかけた後、この混合物をディッシュに圧密化した。

良好な化粧品特性を持つ圧密化パウダーが得られた。

得られた組成物は塗布が容易で快適であった。数時間つけた後でさえ、皮膚は皮膚の細かいシワの中に入り込まないことが分かった。

#### 【0059】

#### 実施例10：フェイシャルゲル

以下の組成物を調製した：

・	バルミチン酸イソプロピル	10g	
・	ワセリン(ロウ)	5g	
・	変性ヘクトライト(クレー)	0.15g	50

- ・ オソケライト(ロウ) 5 g
  - ・ オキシエチレン化セアタオレイン酸 5 g
  - ソルビタン(400E)
  - ・ 実施例4のディスパージョン(25%固形物) 75 g
- 良好な化粧品特性を持つゲルを得た。

【0060】

実施例11：手入れ用オイル

以下の組成物を調製した：

- ・ 実施例2のディスパージョン(25%固形物) 70 g
- ・ ホホバ油 15 g
- ・ 大豆油 15 g

ホディ又はフェースに塗布できる手入れ用オイルが得られた。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.<sup>7</sup>

A 6 1 K 7/48

F I

A 6 1 K 7/025

A 6 1 K 7/032

A 6 1 K 7/043

A 6 1 K 7/48

テーマコード (参考)

Fターム(参考) 4C083 AA082 AA122 AB232 AB242 AB362 AB432 AB442 AC012 AC021 AC022  
AC242 AC342 AC422 AC442 AC482 AC682 AC692 AD072 AD091 AD151  
AD162 AD611 BB01 BB23 BB46 CC02 CC11 CC13 CC14 CC19  
CC28 DD17 DD30 DD32 DD41  
4J027 AF04 AF05 AJ01 AJ02 BA06 BA07 BA08 BA13 CA14 CA21  
CA22 CA24 CB04 CC02 CC03 CC05 CD07